



Analisis kimia contoh gipsum



© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Pendahuluan.....	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Cara pengambilan dan preparasi contoh	1
4 Prinsip	1
4.1 Penentuan SiO_2 (ASTM C 25 – 99)	1
4.2 Analisis CaO dengan kompleksometri EDTA [ASTM C 25 – 99]	1
4.3 Penentuan SO_4 (ASTM C 471 – 96)	1
4.4 Analisis MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O , Na_2O dengan SSA [ASTM C 1301 – 95 (<i>Reapproved</i> 2001)]	2
4.5 Penentuan H_2O^- (ASTM C 25 – 99)	2
4.6 Penentuan hilang bakar (ASTM C 25 – 99)	2
5 Peralatan.....	2
6 Pereaksi	2
7 Prosedur	3
7.1 Penentuan SiO_2 (ASTM C 25 – 99)	3
7.2 Penentuan CaO dengan EDTA (ASTM C25-99)	3
7.2.1 Standardisasi kalsium	3
7.2.2 Penentuan CaO	4
7.3 Penentuan kadar SO_4 (ASTM C 471 – 96)	4
7.4 Penentuan kadar MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , Na_2O , dan K_2O dengan metode SSA [ASTM C 1301 – 95 (<i>Reapproved</i> 2001)]	5
7.5 Penentuan H_2O^- (ASTM C 25 – 99)	5
7.6 Penentuan hilang bakar (ASTM C 25 – 99)	6
8 Pelaporan	6
Bibliografi	7

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7575:2010, *Analisis kimia contoh gipsum* disusun oleh Panitia Teknik 73-01 Komoditas Tambang Mineral, Batubara dan Panas Bumi.

Tujuan penyusunan standar ini adalah untuk memberikan jaminan kualitas kepada konsumen dan produsen terhadap hasil analisis gipsum.

Standar ini telah disepakati oleh pihak berkepentingan (*stakeholders*) yang terkait, yaitu perusahaan tambang, perguruan tinggi/lembaga penelitian dan instansi teknis pada forum konsensus nasional yang dilaksanakan di Bandung pada tanggal 12 – 13 Maret 2009.

Penyusunan standar ini mengacu kepada pedoman tentang Penulisan Standar Nasional Indonesia yang diterbitkan oleh Badan Standardisasi Nasional (BSN), yaitu Pedoman Penulisan Standar Nasional (PSN) 08:2007.



Pendahuluan

Gypsum yang dimaksud dalam standar ini adalah gipsum sebagai bahan galian dan gipsum produk olahan. Gypsum dapat digunakan dalam berbagai industri, seperti industri kimia, farmasi, bahan bangunan dan sebagainya.

Untuk mengetahui kualitasnya perlu dilakukan analisis kadar SiO_2 , CaO , SO_4 , MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O , Na_2O , H_2O^- dan hilang bakar (*Loss on Ignition* - *Lol*).

Oleh karena itu, untuk memberikan jaminan kualitas kepada produsen dan konsumen, prosedur analisis kimia terhadap contoh gipsum perlu distandarkan.





Analisis kimia contoh gipsum

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi cara pengambilan dan preparasi contoh, serta penentuan kadar SiO_2 , CaO , SO_4 , MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O , Na_2O , H_2O^- dan Lol dalam contoh gipsum dengan metode kompleksometri EDTA, Spektrofotometer Serapan Atom dan gravimetri.

2 Acuan normatif

SNI 13-3496-1994, *Cara pengambilan dan preparasi contoh bahan galian secara umum untuk analisis kimia dan uji sifat fisika di laboratorium.*

ASTM C 25 – 99, *Standard Test Method for Chemical Analysis of Limestone, Quicklime and Hydrated Lime.*

ASTM C 1301 – 95 (Reapproved 2001), *Standard Test Method for major and Trace Elements in Limestone and Lime by Inductively Coupled Plasma-atomic Emission Spectroscopy (ICP) and Atomic Absorption (AA).*

ASTM C 471 M – 1996, *Chemical Analysis of Gypsum and Gypsum Product.*

3 Cara pengambilan dan preparasi contoh

Pengambilan dan preparasi contoh dilakukan sesuai dengan prosedur yang berlaku yaitu SNI 13-3496-1994, Pengambilan dan preparasi contoh bahan galian secara umum untuk analisis kimia dan uji sifat fisika di laboratorium.

4 Prinsip

4.1 Penentuan SiO_2 (ASTM C 25 – 99)

Contoh dilarutkan dengan HCl, kemudian dipanaskan dan disaring. Residu dan kertas saring diabukan dalam cawan platina, kemudian ditambahkan HF dan diuapkan sampai kering, dipijarkan dan ditimbang. Selisih bobot sebelum dan sesudah proses tersebut diatas dihitung sebagai SiO_2 .

4.2 Analisis CaO dengan kompleksometri EDTA (ASTM C 25 – 99)

Contoh dilarutkan dengan HCl, disaring, filtrat dititrasi dengan EDTA pada pH 12 dengan indikator hidroksi naftol biru.

4.3 Penentuan SO_4 (ASTM C 471 – 96)

Contoh dilarutkan dengan HCl, disaring, filtrat ditambah larutan BaCl_2 5%, Endapan ditimbang kemudian ditetapkan secara gravimetri.

4.4 Analisis MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O , Na_2O dengan SSA [ASTM C 1301 – 95 (Reapproved 2001)]

Contoh dilebur dengan litium metaborat atau litium tetraborat dalam cawan platina, kemudian dilarutkan dengan HNO_3 p.a. Kadar MgO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O , Na_2O ditentukan dengan metode SSA pada panjang gelombang masing-masing unsur.

4.5 Penentuan H_2O^- (ASTM C 25 – 99)

Contoh dipanaskan pada suhu 110°C dalam botol timbang yang telah diketahui bobotnya. Selisih bobot sebelum dan sesudah pemanasan dihitung sebagai H_2O^- .

4.6 Penentuan hilang bakar (ASTM C 25 – 99)

Contoh dipijarkan dalam cawan platina atau porselen yang telah diketahui bobotnya. Selisih bobot sebelum dan sesudah pemijaran dihitung sebagai hilang bakar.

5 Peralatan

- timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- pelat pemanas;
- tungku pemanas maksimum 1200°C ;
- desikator vakum;
- cawan platina 50 mL, 25 mL;
- gelas piala 1000 mL, 250 mL;
- teflon piala 250 mL;
- botol pereaksi 1000 mL;
- labu ukur 1000 mL, 250 mL, 25 mL;
- pipet ukur 10 mL dan 5 mL;
- pipet gondok 25 mL, 5 mL;
- erlenmeyer 250 mL;
- buret 50 mL;
- corong analitik;
- pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*); dan
- oven pengering.

6 Pereaksi

- litium metaborat p.a dan atau litium tetraborat p.a;
- asam klorida p.a;
- asam nitrat p.a;
- lantanium 10%,
dibuat dengan cara melarutkan 175 g LaCl_3 dalam 1 L akuades (setara dengan 100 g/L lantanum);
- larutan EDTA (0,4 %),
dibuat dengan cara melarutkan 4 g EDTA dalam 1 L akuades
- kalium hidroksida (1N),
dibuat dengan cara melarutkan 56 g KOH dalam 1 L akuades
- buffer amonia (pH 10,5),
dibuat dengan cara melarutkan 67,5 g NH_4Cl dalam 300 mL akuades, tambahkan 570 mL NH_4OH dan encerkan menjadi 1 L;

- (h) hidroksi naftol biru (indikator kalsium);
- (i) asam klorida (1:9);
- (j) larutan kalium sianida (20 g/L),
dibuat dengan cara melarutkan 2 g KCN dalam 100 mL akuades;
- (k) larutan standar kalsium (1,00 mg CaO/mL),
dibuat dengan cara menimbang 1,785 g CaCO₃ p.a, dilarutkan dengan HCl (1:9) dan diencerkan dengan akuades menjadi 1 L;
- (l) natrium karbonat p.a;
- (m) asam fluorida p.a; dan
- (n) larutan BaCl₂ 5%.

7 Prosedur

7.1 Penentuan SiO₂ (ASTM C 25 – 99)

- (a) Timbang kurang lebih 0,5 g contoh yang telah dipanaskan pada suhu 105°C sampai dengan 110°C.
- (b) Masukkan contoh ke dalam gelas piala 250 mL, basahkan dengan akuades, tambahkan 20 mL HCl p.a.
- (c) Panaskan gelas kimia di atas pelat pemanas, tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan selama 15 menit.
- (d) Dinginkan gelas kimia, tambahkan 50 mL akuades, panaskan dan didihkan sampai garam-garam yang terbentuk larut.
- (e) Saring bagian yang tak larut dengan kertas saring *Whatman* No. 40 dan filtrat ditampung dalam labu ukur 250 mL, cuci kertas saring dan residu dengan air panas sekurang-kurangnya 15 kali.
- (f) Masukkan kertas saring dan residu kedalam cawan platina, panaskan dan bakar di atas nyala gas sampai terjadi abu, kemudian pijarkan di dalam tungku pada suhu 1000°C selama 30 menit.
- (g) Dinginkan cawan platina dalam desikator vakum selama 15 sampai dengan 10 menit kemudian timbang (A gram), basahkan residu dalam platina dengan sedikit air, tambahkan 5 mL HF, uapkan sampai kering di atas pelat pemanas dan pijarkan dalam tungku pada suhu 1000°C selama 2 menit sampai dengan 3 menit.
- (h) Dinginkan cawan platina dalam desikator vakum 15 menit sampai dengan 20 menit kemudian timbang (B gram), lebur residu yang masih tersisa dalam cawan platina dengan 2 gram sampai dengan 3 gram Na₂CO₃, dinginkan larutkan dengan HCl (1:9), dan satukan hasil pelarutan dengan larutan pada butir (e), kemudian himpitkan sampai tanda batas dengan akuades dan kocok sampai homogen (sebagai larutan induk).
- (i) Hitung kadar SiO₂ (%), sebagai selisih bobot sebelum dan sesudah penambahan HF

$$\text{Kadar SiO}_2, \% = \frac{(A-B)}{C} \times 100$$

Keterangan:

- A adalah bobot cawan + residu, gram;
- B adalah bobot cawan + residu setelah proses penambahan HF, gram;
- C adalah bobot contoh, gram.

7.2 Penentuan CaO dengan EDTA (ASTM C25-99)

7.2.1 Standardisasi kalsium

- (a) Pipet 10 mL larutan standar kalsium pada 6 butir (k), masukan ke dalam erlenmeyer 250 mL.
- (b) Tambahkan 100 mL akuades, 15 mL larutan KOH 1 N ke erlenmeyer dan kocok.

- (c) Tambahkan 0,2 gram sampai dengan 0,3 gram indikator hidroksi naftol biru, titrasi dengan larutan EDTA (0,4%) sampai titik akhir titrasi berwarna biru jernih.
- (d) Pengulangan titrasi dilakukan tiga kali atau lebih dan hasil titrasi dirata-ratakan untuk menghitung titar dari larutan kalsium.
- (e) Titar CaO, mg/mL = 10 mg standar CaO/ mL EDTA.

7.2.2 Penentuan CaO

- (a) Pipet 20 mL larutan induk pada 7.2.1 butir (e), masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL.
- (b) Encerkan larutan menjadi 250 mL dengan akuades, kemudian tambahkan 30 mL larutan KOH 1 N dan kocok.
- (c) Tambahkan 2 tetes sampai dengan 3 tetes larutan kalium sianida atau 10 mL tri-etanolamin (1:2) ke dalam erlenmeyer tersebut.
- (d) Tambahkan 0,2 gram sampai dengan 0,3 g indikator hidroksi naftol biru, titrasi dengan larutan EDTA (0,4%) sampai titik akhir titrasi berwarna biru jernih.
- (e) Penghitungan:
Kadar CaO (%) = titar CaO x mL EDTA x 1,25/ bobot contoh dalam gram

7.3 Penentuan kadar SO₄ (ASTM C 471 – 96)

- (a) Pipet 25 ml dari larutan induk Penentuan SiO₂, masukkan ke gelas kimia 250 ml kemudian tambahkan 10 ml HCl p.a. dan encerkan sampai 200 mL, aduk.
 - (b) Panaskan larutan sampai mendidih dan tambahkan larutan BaCl₂ 5 % ke dalam larutan contoh panas tersebut sedikit demi sedikit sambil di aduk dengan kuat sampai volume larutan BaCl₂ 5% yang masuk mencapai 10 mL.
 - (c) Biarkan endapan turun dan periksa kesempurnaan pengendapan dengan meneteskan 1 tetes sampai dengan 2 tetes larutan BaCl₂ dan perhatikan endapan baru yang terbentuk. Jika terbentuk endapan baru, tambahkan lagi 3 mL larutan BaCl₂ 5% sedikit demi sedikit sambil diaduk dengan kuat. Biarkan kembali endapan turun dan periksa lagi kesempurnaan pengendapan.
 - (d) Jika pengendapan telah sempurna, teruskan dengan *digest* diatas penangas air mendidih minimal 1 jam.
 - (e) Saring endapan menggunakan kertas saring *Whatman* no. 42 dengan mendekantasikan larutan jernih di atas endapan lalu pindahkan endapan secara dekantasi ke dalam penyaring.
 - (f) Cuci endapan dengan air panas sampai bebas ion Cl⁻ (filtrat ditambahkan AgNO₃ sampai tidak terbentuk endapan putih).
 - (g) Keringkan penyaring berisi endapan, lipat kertas saring, masukkan ke dalam cawan porselen yang sudah diketahui bobotnya.
 - (h) Arangkan, abukan dan pijarkan dalam cawan porselen tersebut.
 - (i) Timbang cawan dan residu tersebut.
- Penghitungan:

$$\text{Kadar SO}_4 (\%) = \{(B-A)/C\} \times fp \times fk \times 100$$

Keterangan:

- A adalah bobot cawan dalam gram;
- B adalah bobot cawan + residu dalam gram;
- C adalah bobot contoh dalam gram;
- fp adalah faktor pengenceran; dan
- fk adalah faktor kimia = 0,4120.

7.4 Penentuan kadar MgO, Al₂O₃, Fe₂O₃, Na₂O, dan K₂O dengan metode SSA [ASTM C 1301 – 95 (Reapproved 2001)]

- Masukkan sejumlah contoh lolos saringan 150 mesh ke dalam botol timbang, panaskan dalam oven pengering pada suhu 105°C selama 2 jam, dinginkan dalam desikator vakum selama 20 menit sampai dengan 25 menit.
- Timbang dengan teliti 250 mg contoh ke dalam cawan platina yang telah berisi 1,00 gram litium metaborat.
- Masukkan cawan tersebut ke dalam tungku pemanasan pada suhu 1000°C selama 30 menit, aduk leburan dalam cawan sekurang-kurangnya satu kali.
- Angkat cawan platina, dinginkan beberapa saat dan masukkan kedalam teflon piala yang sudah berisi 12,5 mL HNO₃ p.a. dan 40 mL akuades.
- Panaskan teflon piala diatas plat pemanas sampai contoh didalamnya larut, dinginkan dan masukan secara dekantasi ke dalam labu ukur 250 mL, tambahkan 10 mL larutan lantanum 10%, impitkan sampai tanda batas, kocok sampai homogen.
- Lakukan pengerjaan blangko sesuai dengan butir (a) sampai dengan (e).
- Ukur serapan dari larutan seri standar, blangko dan contoh pada panjang gelombang masing-masing unsur dengan SSA.
- Gunakan nyala (*flame*) dari campuran nitrous oksida (N₂O)–asetilen (C₂H₂) atau nyala campuran udara–asetilen (C₂H₂) sesuai dengan unsur yang akan diperiksa, lihat parameter instrumen pada Tabel 1.
- Bandingkan serapan larutan contoh dari masing-masing unsur dengan larutan standar.

Tabel 1 Parameter instrumen

Unsur	Panjang gelombang (nm)	Gas pembakar
Al	308,3	N ₂ O/C ₂ H ₂
Mg	285,2	Udara-C ₂ H ₂
K	766,5	Udara-C ₂ H ₂
Na	589,0	Udara-C ₂ H ₂
Fe	248,3	Udara-C ₂ H ₂

Penghitungan kadar unsur dengan SSA:

$$\text{Kadar unsur, \%} = \frac{C \times f_p \times V}{W \times 1000} \times 100$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi contoh, dalam ppm;

f_p adalah faktor pengenceran;

V adalah volume labu asal, dalam mililiter; dan

W adalah bobot contoh, dalam miligram.

7.5 Penentuan H₂O⁻ (ASTM C 25 – 99)

- Timbang kurang lebih 1 gram contoh ke dalam botol timbang yang telah diketahui bobotnya.
- Panaskan botol timbang di dalam oven pengering pada suhu 105°C sampai dengan 110°C selama 2 jam
- Angkat dan dinginkan botol timbang dalam desikator vakum kurang lebih 20 menit, timbang sampai bobot tetap.

$$\text{Kadar H}_2\text{O}^-, \% = \{(A - B) / C\} \times 100$$

Keterangan:

A adalah bobot botol timbang + contoh dalam gram;

B adalah bobot botol timbang + contoh setelah dipanaskan dalam gram; dan

C adalah bobot contoh dalam gram.

7.6 Penentuan hilang bakar (ASTM C 25 – 99)

- (a) Timbang kurang lebih 1 gram contoh yang telah di panaskan pada suhu 105°C sampai dengan 110°C ke dalam cawan platina atau porselen yang telah diketahui bobotnya.
- (b) Panaskan dalam tungku pada suhu 400°C selama 30 menit, kemudian naikan suhu sampai (1000 ± 20) °C dan biarkan 20 menit.
- (c) Angkat dan dinginkan cawan dalam desikator vakum 25 menit sampai dengan 30 menit, timbang sampai bobot tetap.

Kadar hilang bakar, % = $\{(A - B)/C\} \times 100$

Keterangan:

- A adalah bobot cawan + contoh dalam gram;
- B adalah bobot cawan + contoh setelah dipijarkan dalam gram; dan
- C adalah bobot contoh dalam gram.

8 Pelaporan

Pelaporan hasil analisis harus mencantumkan informasi diantaranya yaitu:

- (a) asal contoh;
- (b) jumlah contoh;
- (c) nomor laboratorium;
- (d) tanggal penerimaan;
- (e) hasil pengujian;
- (f) kode contoh;
- (g) metode analisis;
- (h) tanggal selesai; dan
- (i) nama dan tanda tangan penanggung jawab.

Bibliografi

Vogel Arthurl, D. Sc, *Text Book of Quantitative Inorganic Analysis*, 3rd Edition, London; Longman, p. 1114-1115.

Flame Atomic Absorption Spectrometry, *ANALYTICAL METHODS*, Varian Australia, 2003.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id